

15.10.2004

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

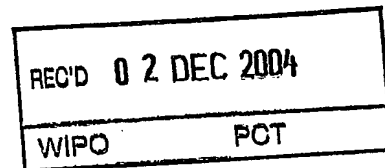
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2003年10月21日

出願番号  
Application Number: 特願2003-361174  
[ST. 10/C]: [JP2003-361174]

出願人  
Applicant(s): 大日本インキ化学工業株式会社  
株式会社キッツエスシーティー

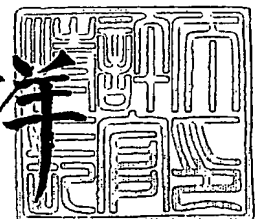


PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年11月19日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川 洋



【書類名】 特許願  
【整理番号】 PX030334  
【提出日】 平成15年10月21日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 C08F 2/42  
【発明者】  
    【住所又は居所】 千葉県千葉市花見川区瑞穂2丁目1番1号 20-402  
    【氏名】 菅沼 俊和  
【発明者】  
    【住所又は居所】 千葉県千葉市稲毛区小中台町501-2-602  
    【氏名】 富田 康司  
【発明者】  
    【住所又は居所】 千葉県四街道市鷹の台四丁目19番3号  
    【氏名】 酒井 一成  
【発明者】  
    【住所又は居所】 千葉県佐倉市大崎台3丁目5番1号 2-203  
    【氏名】 羽田 尚樹  
【発明者】  
    【住所又は居所】 千葉県千葉市美浜区真砂三丁目17番3号 507  
    【氏名】 風間 勝彦  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000002886  
    【氏名又は名称】 大日本インキ化学工業株式会社  
【特許出願人】  
    【識別番号】 501417929  
    【氏名又は名称】 株式会社キッツエスシーティー  
【代理人】  
    【識別番号】 100064908  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 志賀 正武  
【選任した代理人】  
    【識別番号】 100108578  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 高橋 詔男  
【選任した代理人】  
    【識別番号】 100089037  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 渡邊 隆  
【選任した代理人】  
    【識別番号】 100101465  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 青山 正和  
【選任した代理人】  
    【識別番号】 100094400  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 鈴木 三義  
【選任した代理人】  
    【識別番号】 100107836  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 西 和哉

【選任した代理人】  
【識別番号】 100108453  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 村山 靖彦  
【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 008707  
【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1  
【包括委任状番号】 9706378

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

主流体用流通管に流通する主流体に、被供給液を供給し溶液を調製する液供給方法であって、

被供給液を送出する供給部と、該供給部からの被供給液を前記主流体用流通管に向けて流す被供給液用流通管とを備え、該被供給液用流通管の内径が 0.01～1mm とされた液供給装置を用い、

被供給液を、前記供給部から前記被供給液用流通管を通して前記主流体用流通管に供給するに際して、供給部における被供給液の圧力  $P_1$  と、主流体用流通管における主流体の圧力  $P_2$  が次の式を満たすようにすることを特徴とする液供給方法。

$$P_1 - P_2 > 0$$

**【請求項 2】**

被供給液用流通管は、中空糸状に形成されている請求項 1 に記載の液供給方法。

**【請求項 3】**

主流体が超純水であり、被供給液が電解質水溶液である請求項 1 に記載の液供給方法。

**【請求項 4】**

$P_1 / P_2 = 1.01 \sim 10$  である請求項 3 に記載の液供給方法。

**【請求項 5】**

被供給液が供給された主流体の電解質濃度が 0.00001～0.1 質量%であることを特徴とする請求項 3 に記載の液供給方法。

**【請求項 6】**

被供給液の供給量が 0.001～10 cm<sup>3</sup>/分である請求項 3 に記載の液供給方法。

**【請求項 7】**

被供給液の流量  $X$  と、主流体の流量  $Y$  との比  $X/Y = 1/1000000 \sim 1/1000$  である請求項 2～6 のうちいずれか 1 項に記載の液供給方法。

**【請求項 8】**

主流体用流通管に流通する主流体に、被供給液を供給し溶液を調製する液供給装置であって、

被供給液を送出する供給部と、該供給部からの被供給液を前記主流体用流通管に向けて流す被供給液用流通管とを備え、該被供給液用流通管の内径が 0.01～1mm とされ、

被供給液を、前記供給部から前記被供給液用流通管を通して前記主流体用流通管に供給するに際して、供給部における被供給液の圧力  $P_1$  を、主流体用流通管における主流体の圧力  $P_2$  に対し次の式を満たすように設定可能であることを特徴とする液供給装置。

$$P_1 - P_2 > 0$$

**【請求項 9】**

被供給液用流通管は、中空糸状に形成されている請求項 8 に記載の液供給装置。

【書類名】明細書

【発明の名称】液供給方法および装置

【技術分野】

【0001】

本発明は、溶液の調製に用いられる液供給方法および装置に関し、詳しくは電解質水溶液などの被供給液を超純水などの主流体に供給して、電子材料用洗浄水などとして使用可能な溶液を調製するのに用いられる液供給方法および装置に関する。

【背景技術】

【0002】

半導体デバイスや液晶パネルなどの電子材料の製造においては、超純水を使用して基板を洗浄する際や、ダイシングマシンによりウェハーを切断する際に、超純水の比抵抗が高いために静電気が発生し絶縁破壊が生じたり、微粒子の吸着が生じたりすることで、基板の歩留まりに著しく悪影響を及ぼすことがある。

そこで、これを解消するために、超純水に電解質、例えば二酸化炭素、アンモニアを溶解させて超純水の比抵抗を低下させる方法が知られている。

【0003】

シリコンウェハーの洗浄、ダイシングの工程では、超純水の流量変動が激しいため比抵抗値が変動しやすい。

比抵抗値の変動を抑える方策としては、米国特許 6,518,721 に記載された技術が挙げられる。ここに記載された方法では、超純水を流量が異なるように 2 つに分流し、小流量の流れに電解質を溶解させ、得られた電解質水溶液を大流量の流れに合流させる。これによって、超純水原水に流量変動が生じた場合でも比抵抗値の変動を抑えることができる。

しかしながら、この方法では、電解質水溶液と超純水との混合率が小さいため、超純水原水の流量が大きく変動した場合には、比抵抗値を一定に維持するのが難しかった。

【0004】

また、半導体デバイスや液晶パネルなどの電子材料の製造においては、工程中で種々の除去すべき物質（パーティクル、有機汚染物、金属汚染物など）が発生するため、これを洗浄により除去することが必要である。

半導体基板、液晶用ガラス基板などの電子材料に付着した有機汚染物、金属汚染物を洗浄する方法としては、過酸化水素水と、酸化力を有する薬液を混合した洗浄水を用いて洗浄する方法、いわゆる RCA 洗浄がある。

しかしながら、この洗浄方法では、薬液、超純水、廃液処理などに膨大な費用を要し、また環境に対する負荷も大きいという不都合がある。

近年、超純水にわずかに薬品やガス成分を添加した水は、ウェハー表面上の不純物を除去する作用をもち、従来の高濃度の薬品溶液と同等の洗浄効果を発揮しうることが判明した。

上記薬品やガス成分を添加した水を洗浄水として用いた技術としては、酸またはアルカリを含む薬液を超純水に添加し、この薬液含有超純水の電気伝導率に基づいて薬液の供給量を制御する薬液供給装置を有する電子材料洗浄水の調製装置がある（特許文献 1 を参照）。

【特許文献 1】特開 2000-208471 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

上記従来方法は、精密な濃度制御に優れるが、実際の使用において超純水に流量変動が生じた場合に濃度のハンチングを起こすおそれがある。また装置が複雑になり、コストも増大してしまう。

さらに、前記薬液供給装置を、金属イオンを極度に嫌う用途（例えば半導体製造）に適用する場合には、薬液供給装置の接液部材料を合成樹脂にする必要がある。

接液部に合成樹脂を用いて微小流量計や微小流量調節弁を製作することは難しいため、高濃度の薬液原液をそのまま超純水に添加することはできない。そのため、原液を希釈した低濃度の薬液を用いる必要があるが、低濃度の薬液を用いると、薬液の濃度調整の工程が必要となるため、薬液濃度の変動が起きやすくなる。

本発明は、上記事情を考慮してなされたもので、微量の薬液などを超純水などに供給して洗浄水などとして使用可能な溶液を調製するにあたって、被供給液の供給量を精度よく定めることができる供給方法および装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者らは上記の課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、中空糸状の管状体などの細径の被供給液用流通管を用いることによって、微量の被供給液の供給量を容易に、かつ正確に定めることができることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

本発明は、主流体用流通管に流通する主流体に、被供給液を供給し溶液を調製する液供給方法であって、被供給液を送出する供給部と、該供給部からの被供給液を前記主流体用流通管に向けて流す被供給液用流通管とを備え、該被供給液用流通管の内径が0.01～1mmとされた液供給装置を用い、被供給液を、前記供給部から前記被供給液用流通管を通して前記主流体用流通管に供給するに際して、供給部における被供給液の圧力 $P_1$ と、主流体用流通管における主流体の圧力 $P_2$ が次の式を満たすようにする液供給方法を提供する。

$$P_1 - P_2 > 0$$

【0007】

本発明では、主流体用流通管に流通する主流体に、被供給液を供給し溶液を調製する液供給装置であって、被供給液を送出する供給部と、該供給部からの被供給液を前記主流体用流通管に向けて流す被供給液用流通管とを備え、該被供給液用流通管の内径が0.01～1mmとされ、被供給液を、前記供給部から前記被供給液用流通管を通して前記主流体用流通管に供給するに際して、供給部における被供給液の圧力 $P_1$ を、主流体用流通管における主流体の圧力 $P_2$ に対し次の式を満たすように設定可能である液供給装置を提供する。

$$P_1 - P_2 > 0$$

【発明の効果】

【0008】

本発明では、細径の被供給液用流通管を用い、被供給液を、供給部から被供給液用流通管を通して主流体用流通管に供給するに際して、供給部における被供給液の圧力 $P_1$ と、主流体用流通管における主流体の圧力 $P_2$ が、 $P_1 - P_2 > 0$ を満たすようにする。

これによって、被供給液用流通管の上流側と下流側との差圧を利用して、被供給液の供給量を設定することができる。

このため、微量の被供給液の供給量を容易に、かつ正確に定めることができる。

従って、高濃度の被供給液を用い、供給量が微量である場合でも、溶液の濃度変動を防ぐことができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

本発明の液供給方法は、主流体用流通管に流通する主流体に被供給液を供給する方法であって、被供給液を送出する供給部と主流体用流通管との間に被供給液用流通管を備えた液供給装置を用い、被供給液用流通管の上流側と下流側との差圧を利用して、被供給液の供給量を設定する方法である。

被供給液用流通管は、中空糸状に形成されていることが好ましい。中空糸状とは、内部が空洞になった繊維状の管状構造をいう。

中空糸状の流通管を用いることによって、液供給装置の設計が容易になる。すなわち、中空糸状の流通管の内径、長さ、本数を選択することによって、被供給液の供給量を適切

な値に設定するのが容易になる。

【0010】

被供給液用流通管の内径は、 $0.01 \sim 1 \text{ mm}$  ( $10 \sim 1000 \mu\text{m}$ )、好ましくは  $0.05 \sim 0.5 \text{ mm}$  ( $50 \sim 500 \mu\text{m}$ ) とされる。

この内径が上記範囲未満であると、流通抵抗が大きくなり被供給液の流量設定が容易でなくなる。内径が上記範囲を越えると、被供給液の流量設定の精度が低下する。

【0011】

中空糸状の被供給液用流通管には、分離膜、例えば微多孔膜、均質膜、不均質膜、複合膜、サンドイッチ膜などが使用できる。サンドイッチ膜としては、例えばポリプロピレン樹脂等からなる2つの微多孔膜層の間にポリウレタン樹脂等等からなる中間膜を挟んだ構造を有するものを挙げることができる。

また、衣料用や産業用に使用される中空糸状繊維も利用できる。

【0012】

被供給液用流通管の材料は、電子材料用洗浄水の調製に用いる場合、金属以外が好ましい。この材料としては、電解質水溶液に対する耐久性に優れたものが好ましい。例えば、ポリテトラフルオロエチレン、パーフルオロアルコキシフッ素樹脂、ポリヘキサフルオロプロピレン等の各種フッ素樹脂；ポリブテン系樹脂、シリコーン系樹脂、ポリエチレン系樹脂、ポリプロピレン系樹脂、ポリ(4-メチルペンテン-1)系樹脂等の各種ポリオレフィン樹脂などの素材が好適に挙げられる。なかでもポリ(4-メチルペンテン-1)系樹脂が特に好ましい。

なお、超純水などの主流体が流通する主流体用流通管は、通常、内径が1インチ(約25.4 mm)以下である。

【0013】

本発明の液供給方法は、管路内の層流の圧力損失に関するハーゲン-ポアズイユ(Hagen-Poiseuille)の法則を利用した方法である。

以下、ハーゲン-ポアズイユの法則について説明する。

図1に示すように、円形管路を流通する流体の損失水頭 $H$ (圧力損失)は、層流の場合には式(1)で表すことができ、円形管路の長さは式(1)を変形して得られた式(4)に表される。

【0014】

【数 1】

$$H = \frac{32 \cdot \mu}{\gamma} \cdot \frac{L}{D^2} \quad \text{-----} \quad (1)$$

Hagen-Poiseilleの式

$$\gamma \cdot H = \Delta P \quad \text{-----} \quad (2)$$

$$V = \frac{Q}{\pi \cdot D_2/4} \quad \text{-----} \quad (3)$$

$$\Delta P = 32 \cdot \mu \cdot \frac{L}{D^2} \cdot V = \frac{\pi}{32 \times 4} \cdot \mu \cdot Q \cdot \frac{L}{D^4} \quad \text{-----} \quad (4)$$

$$L = \frac{\pi}{128} \cdot \frac{D^4}{\mu \cdot Q} \cdot \Delta P \quad \text{-----} \quad (5)$$

式中の記号の意味と単位を表 1 に示す。

【0015】

【表 1】

| 記号         | 意味          | 単位                |
|------------|-------------|-------------------|
| L          | 円形管路の長さ     | m                 |
| D          | 円形管路の内径     | m                 |
| $\Delta P$ | 円形管路前後の差圧   | Pa                |
| V          | 円形管路内の流体の流速 | m/s               |
| Q          | 円形管路内の流体の流量 | m <sup>3</sup> /s |
| $\mu$      | 流体の粘性係数     | Pa·s              |
| $\gamma$   | 流体の密度       | kg/m <sup>3</sup> |

【0016】

流体の流量、粘度、円形管路の直径、円形管路両端における差圧が既知である場合には、円形管路の長さLを上記式（5）から算出することができる。

このため、式（5）に基づいて、所望の液体（被供給液）流量を得るために必要な円形管路（被供給液用流通管）の長さ、内径、本数を求めることができる。

実際の中空糸状の管路は、断面が厳密な円形でなかったり、管路断面積が一定でない場合がある。そのため、式（4）から算出した長さの中空糸状管状体を作成し、試験により流量係数を求め、必要な長さを正確に計算し調整することが好ましい。例えば、式（4）では、管路の長さは管路の直径の4乗に比例するため、管路の直径が10%異なると、管路の長さは46.4%異なる。



## 【0017】

被供給液を、前記供給部から前記被供給液用流通管を通して前記主流体用流通管に供給するに際しては、供給部における被供給液の圧力  $P_1$  と、主流体用流通管における主流体の圧力  $P_2$  が次の式を満たすようにする必要がある。

$$P_1 - P_2 > 0$$

ポンプ等を用いて、この式を満たすように圧力  $P_1$  を設定することによって、被供給液を、差圧により主流体用流通管内の主流体に供給することができる。

圧力  $P_1$  は、 $P_1/P_2$  が 1.01~10、好ましくは 1.05~10、さらに好ましくは 1.1~5 となるように設定するのが好適である。

被供給液の流量は、被供給液用流通管の上流側と下流側の差圧  $\Delta P$  ( $= P_1 - P_2$ ) にほぼ比例する値となる。

圧力  $P_1$ 、 $P_2$  を上記範囲に設定することによって、主流体（超純水等）の流量や圧力が変化した場合でも、フィードバック制御などの複雑な制御を行うことなく、必要かつ十分な量の被供給液を供給することができる。

## 【0018】

例えば、超純水（主流体）にアンモニア水（被供給液）を供給し、得られたアンモニア含有超純水（アンモニア溶液）を洗浄水として使用する場合には、洗浄水の pH が適切な値であれば十分な洗浄効果が得られる。

アンモニアは弱アルカリであるため、アンモニア溶液の pH は、アンモニア水（被供給液）の供給量が多少変動した場合でも、変動しにくい。

このため、供給部における被供給液の圧力  $P_1$  を適切に設定すれば、フィードバック制御を行うことなく、被供給液の供給量を精度よく定め、十分な洗浄効果が得られる量の被供給液を供給することができる。

## 【0019】

主流体としては超純水を例示でき、被供給液としては電解質水溶液を例示できる。電解質としては、酸またはアルカリが使用できる。酸としては、塩酸、硫酸、フッ化水素、硝酸、炭酸（二酸化炭素）が挙げられる。アルカリとしては、アンモニア、水酸化カリウム、水酸化ナトリウムが挙げられる。

被供給液（電解質水溶液）が供給された主流体（超純水）の電解質濃度は、低すぎれば洗浄効果が低下し、高すぎれば電子材料を劣化させるおそれがあるため、0.00001~0.1 質量%、好ましくは 0.0001~0.01 質量%が好適である。

## 【0020】

被供給液の流量  $X$  と、主流体の流量  $Y$  との比  $X/Y$  は、低すぎれば洗浄効果が低下し、高すぎれば電子材料を劣化させるおそれがあるため、 $1/10000000 \sim 1/1000$ 、好ましくは  $1/1000000 \sim 1/1000$ 、さら好ましくは  $1/500000 \sim 1/2500$  が好適である。

被供給液の供給量は、 $0.001 \sim 10 \text{ cm}^3/\text{分}$  とする場合には、本発明の液供給方法が特に有効である。これは、被供給液の流量を安定的にこの範囲に設定することができる流量調整弁を作製するのは困難であるためである。

## 【0021】

以下に本発明を実施例および比較例によってさらに具体的に説明する。ただし、本発明はこれに限定され制約されるものではない。

## 【0022】

## 実施例 1

25℃での比抵抗が  $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$  である超純水を主流体として用い、主流体用流通管に流通させた。その流量は 1 分ごとに段階的に変動させた。供給水圧は  $0.20 \text{ MPa} \cdot G$  ( $= 2 \text{ kgf}/\text{cm}^2 \cdot G$ ) とした。

電解質水溶液としては、29%アンモニア水溶液を使用した。

以下、超純水に 29 wt% アンモニア水溶液を添加して、6 mg/リットルのアンモニア水溶液を調製するための被供給液用流通管（円形管路）を設計する。

29 wt %アンモニア水溶液の物性は次の通りである。 $\gamma$  (比重) = 0.900、 $\mu$  (粘度) =  $1.0 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$  (1.0 cP)。

超純水流量が1リットル/min (1 kg/min) である場合、29 wt %アンモニア水溶液の流量 $Q$ は、 $1 \times 10^3 \times 6 \times 10^{-6} \div 0.29 = 0.0207 \text{ g/min} = 0.0207 \div 0.900 = 0.0230 \text{ cm}^3/\text{min}$ である。

次に、被供給液用流通管の上流側と下流側との差圧 $\Delta P = 0.05 \text{ MPa}$ 、被供給液用流通管内径 $D = 0.100 \text{ mm}$ とした場合の長さ $L$ を求める。

前記の式(5)より下記式(6)が導き出される。

【0023】

【数2】

$$L = \frac{\pi}{128} \cdot \frac{D^4}{\mu \cdot Q} \cdot \Delta P \quad \dots (6)$$

【0024】

上記式(6)から表2の実用単位が使用できるように変形すると、式(7)が導き出される。式(6)、(7)中の記号、単位を表2に示す。

【0025】

【数3】

$$L = 1,473,000 \cdot \frac{D^4}{\mu \cdot Q} \Delta P \quad \dots (7)$$

【0026】

【表2】

| 記号         | 意味          | 絶対単位系                      | 実用単位                     |
|------------|-------------|----------------------------|--------------------------|
|            |             | 式(6)                       | 式(7)                     |
| $L$        | 円形管路の長さ     | m                          | mm                       |
| $D$        | 円形管路の内径     | m                          | mm                       |
| $\Delta P$ | 円形管路前後の差圧   | Pa                         | MPa                      |
| $Q$        | 円形管路内の流体の流量 | $\text{m}^3/\text{s}$      | $\text{cm}^3/\text{min}$ |
| $\mu$      | 流体の粘性係数     | $\text{Pa} \cdot \text{s}$ | cP                       |

【0027】

ここで、 $D = 0.001$ 、 $\Delta P = 0.05$ 、 $\mu = 1.0$ 、 $Q = 0.0230$ を代入すると、 $L = 1,473,000 \times 0.100^4 \times 0.05 \div 1.0 \div 0.0230 = 320 \text{ mm}$ となり、円形管路の長さ( $L$ )を320 mmとすればよいことがわかる。

【0028】

被供給液用流通管を流れる流量の計算値と実測値を比較するために、直径0.1 mm、長さ300 mmのポリ4-メチルペンテン1製の中空糸状管状体4本を並列に並べて、純水を流したときの流量を測定した。

【0029】

差圧( $\Delta P$ )を0.05~0.15 MPaの範囲で変化させて試験を行った。計算値と実測値の流量誤差は17~27%であった。この結果から、誤差の原因を全て中空糸状管状体の直径の誤差に起因すると仮定しても、直径の誤差は6%に過ぎないことがわかる。この結果から判断すると、中空糸状管状体は液供給装置に十分に使用できることがわかる。

。

## 【0030】

内径0.1mm、長さ300mmのポリ4-メチルペンテン1製の中空糸状管状体2本を用いた液供給装置を作製した。

この液供給装置を用いて、超純水に微量の29wt%アンモニア水を添加し、pH10の超純水を調製することを試みた。

超純水流量は、水圧0.2MPa・Gで、0.5~9リットル/分の間で段階的に0.5リットル/分ずつ増減させた。その流量は1分ごとに段階的に変動させた。供給部においてアンモニア水を0.25MPa・Gで加圧したところ、アンモニア水の圧力と超純水の圧力との差圧によりアンモニア水が超純水に添加された。

## 【0031】

表3に示すように、得られたアンモニア添加超純水のpHを測定したところ、超純水流量によらず、安定したpHのアンモニア水溶液が得られた。

## 【0032】

【表3】

| 超純水流量<br>(リットル/分) | pH   |
|-------------------|------|
| 0.5               | 10.3 |
| 1.5               | 10.1 |
| 3.0               | 10.0 |
| 4.5               | 9.9  |
| 6.0               | 9.8  |
| 7.5               | 9.8  |
| 9.0               | 9.8  |

## 【0033】

## 比較例1

中空糸状管状体からなる被供給液用流通管に代えて、汎用のチューブを用いた液供給装置を作製した。

以下、実施例で調製した6mg/リットルのアンモニア水溶液の100倍に相当する600mg/リットルのアンモニア水溶液を調製するための液供給装置を設計する。

29wt%アンモニア水溶液の物性は次の通りである。

$\gamma$  (比重) = 0.900、 $\mu$  (粘度) =  $1.0 \times 10^{-3}$  Pa・s (1.0cP)

超純水流量が1リットル/min (=1kg/min) である場合、29wt%アンモニア水溶液の流量  $Q = 1 \times 10^3 \times 600 \times 10^{-6} \div 0.29 = 2.07 \text{ g/min} = 2.07 \div 0.900 = 2.30 \text{ cm}^3/\text{min}$

次に、チューブ前後の差圧  $\Delta P = 0.01 \text{ MPa}$ 、チューブ内径  $D = 5 \text{ mm}$  とした場合の長さ  $L$  を求める。前述の(1)式より下記式(8)が導かれる。

## 【0034】

## 【数4】

$$L = \frac{\pi}{128} \cdot \frac{D^4}{\mu \cdot Q} \cdot \Delta P \cdots (8)$$

## 【0035】

上記式(8)を実用単位が使用できるように変形すると、式(9)が導かれる。

## 【0036】

【数 5】

$$L = 1,473,000 \cdot \frac{D^4}{\mu \cdot Q} \cdot \Delta P \cdots (9)$$

【0037】

次いで、 $\Delta P = 0.01 \text{ MPa}$ 、チューブ内径  $D = 5 \text{ mm}$ 、 $Q = 2.30 \text{ cm}^3 / \text{min}$ 、 $\mu = 1.0 \text{ cP}$  を代入して、汎用のチューブを用いた場合の必要長 ( $L$ ) を求めると、 $L = 1,473,000 \times 5^4 \times 0.01 \div 1.0 \div 2.3 = 4 \times 10^6 \text{ mm} = 4000 \text{ m}$  となる。この長さのチューブを備えた液供給装置を実用可能な大きさとなるように設計するのは事実上不可能である。

【0038】

また、実施例 1 の場合と同じアンモニア濃度の溶液 ( $6 \text{ mg} / \text{リットル}$ ) を調製するためには、上記と同様の計算の結果、チューブ長さを  $400 \text{ km}$  とすることが必要となることがわかった。この場合も実用不可能である。

【0039】

上記装置では、チューブ前後の差圧を  $0.01 \text{ MPa}$  の  $1/100$  倍にすればチューブ長さは  $40 \text{ m}$  でよいことになるが、このような小さな差圧では十分なアンモニア水供給量を得ることができない。また、超純水の圧力変動が生じた場合、アンモニア水溶液中へ超純水が逆流するおそれがある。

【0040】

実施例 2

主流体として、 $25^\circ\text{C}$  での比抵抗が  $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$  である超純水を用いた。

図 2 に示すように、中空糸状管状体からなる被供給液用流通管を用いた液供給装置を作製した。

ここに示す液供給装置 1 は、被供給液を送出する供給部 3 と、供給部 3 からの被供給液を主流体用流通管 2 に向けて流す被供給液用流通管 4 とを備えている。

被供給液用流通管 4 は、内径  $0.1 \text{ mm}$ 、長さ  $300 \text{ mm}$  のポリ 4-メチルペンテン 1 製の中空糸状管状体である。この液供給装置 1 では、2 本の被供給液用流通管 4 を使用した。

【0041】

液供給装置 1 を用いて、超純水に  $29 \text{ wt} \%$  アンモニア水を添加し、 $\text{pH} 9.3 \sim 10$  の超純水を調製することを試みた。

超純水流量は、水圧  $0.2 \sim 0.3 \text{ MPa} \cdot \text{G}$  で  $12 \sim 24 \text{ リットル} / \text{分}$  の範囲で ( $12, 18$ , および  $24 \text{ リットル} / \text{分}$ ) 変化させた。

超純水の水圧が  $12 \text{ リットル} / \text{分}$  である場合には、アンモニア水は、供給部 3 において超純水の水圧 ( $0.27 \text{ MPa}$ ) より  $0.1 \text{ MPa}$  高い圧力で加圧した。超純水の流量が  $18$  または  $24 \text{ リットル} / \text{分}$  である場合は、差圧を調整しなかったが、アンモニア水の圧力と超純水の水圧との差圧によりアンモニアが添加された。

【0042】

得られたアンモニア水添加超純水の比抵抗値と  $\text{pH}$  をそれぞれ比抵抗計、 $\text{pH}$  計で測定した。測定の際には、同じ条件で得たアンモニア水含有超純水を  $1 \text{ リットル}$  ずつ 3 回採取し、これを測定対象とした。結果を表 4 に示す。この表より、超純水流量によらず、安定した比抵抗値、 $\text{pH}$  のアンモニア水溶液が再現性よく得られた。

【0043】

【表 4】

| 超純水流量<br>(リットル/分) | 測定回数 | 超純水圧力<br>(MPa) | アンモニア水<br>圧力<br>(MPa) | pH<br>(-) | 比抵抗値<br>( $M\Omega \cdot cm$ ) |
|-------------------|------|----------------|-----------------------|-----------|--------------------------------|
| 12                | 1回目  | 0.269          | 0.369                 | 9.77      | 0.12                           |
|                   | 2回目  | 0.269          | 0.368                 | 9.73      | 0.13                           |
|                   | 3回目  | 0.27           | 0.368                 | 9.74      | 0.13                           |
| 18                | 1回目  | 0.234          | 0.368                 | 9.77      | 0.13                           |
|                   | 2回目  | 0.234          | 0.368                 | 9.72      | 0.12                           |
|                   | 3回目  | 0.234          | 0.368                 | 9.72      | 0.12                           |
| 24                | 1回目  | 0.189          | 0.368                 | 9.73      | 0.12                           |
|                   | 2回目  | 0.189          | 0.368                 | 9.73      | 0.12                           |
|                   | 3回目  | 0.189          | 0.368                 | 9.73      | 0.12                           |

## 【0044】

## 実施例 3

実施例 2 と同様に、直径 0.1 mm、長さ 300 mm のポリ 4-メチルペンテン 1 製の中空糸状管状体からなる被供給液用流通管 4 を用いて液供給装置を作製した。この液供給装置 1 では 4 本の被供給液用流通管 4 を使用した。

液供給装置 1 を用いて、超純水に 29 wt % アンモニア水を添加し、pH 9.3~10 の超純水を調製することを試みた。

超純水流量は、水圧 0.2~0.3 MPa・G で 12~24 リットル/分の範囲で (12, 18, および 24 リットル/分) 変化させた。超純水の水圧が 12 リットル/分である場合には、アンモニア水は、供給部 3 において超純水の水圧 (0.27 MPa) より約 0.1 MPa 高い圧力で加圧した。超純水の流量が 18 または 24 リットル/分である場合は、差圧を調整しなかったが、アンモニア水の圧力と超純水の水圧との差圧によりアンモニアが添加された。

## 【0045】

得られたアンモニア水添加超純水の比抵抗値、アンモニア濃度をそれぞれ比抵抗計、pH 計で測定した。測定の際には、同じ条件で得たアンモニア水含有超純水を 1 リットルずつ 3 回採取し、これを測定対象とした。結果を表 5 に示す。この表より、超純水流量によらず、安定した比抵抗値、pH のアンモニア水溶液が再現性よく得られた。

## 【0046】

【表 5】

| 超純水流量<br>(リットル/分) | 測定回数 | 超純水圧力<br>(MPa) | アンモニア水<br>圧力<br>(MPa) | pH<br>(-) | 比抵抗値<br>( $M\Omega \cdot cm$ ) |
|-------------------|------|----------------|-----------------------|-----------|--------------------------------|
| 12                | 1回目  | 0.275          | 0.375                 | 9.88      | 0.07                           |
|                   | 2回目  | 0.275          | 0.375                 | 9.88      | 0.07                           |
|                   | 3回目  | 0.275          | 0.375                 | 9.89      | 0.07                           |
| 18                | 1回目  | 0.238          | 0.375                 | 9.88      | 0.07                           |
|                   | 2回目  | 0.238          | 0.375                 | 9.88      | 0.07                           |
|                   | 3回目  | 0.238          | 0.375                 | 9.88      | 0.07                           |
| 24                | 1回目  | 0.192          | 0.375                 | 9.90      | 0.07                           |
|                   | 2回目  | 0.192          | 0.375                 | 9.90      | 0.07                           |
|                   | 3回目  | 0.192          | 0.375                 | 9.92      | 0.07                           |

【図面の簡単な説明】

【0047】

【図1】本発明の液供給方法に利用されるハーゲン-ポアズイユ（Hagen-Poiseuille）の法則の説明図である。

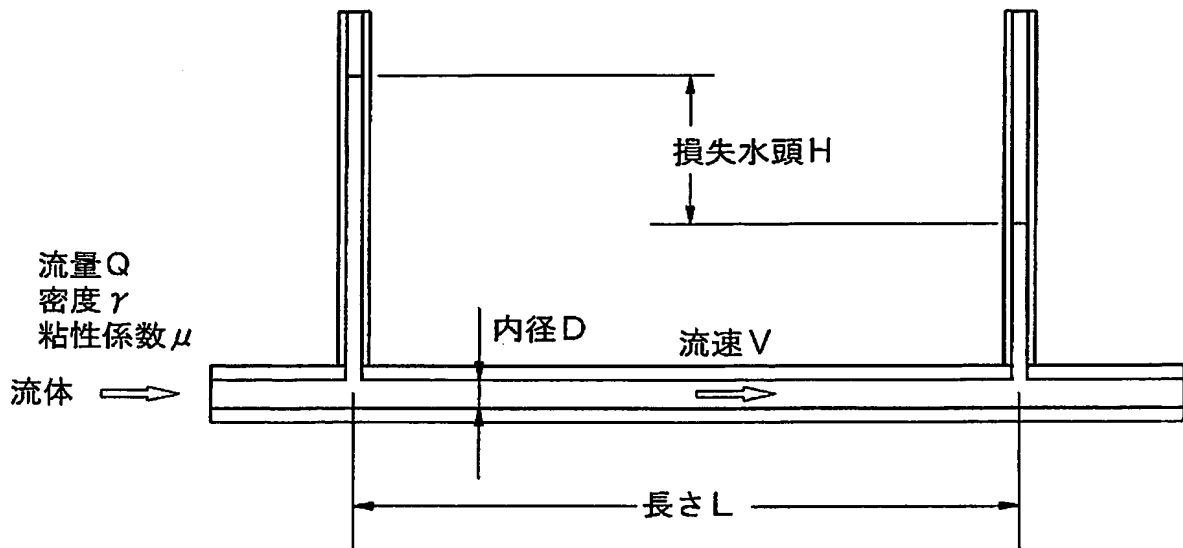
【図2】本発明の液供給装置の一例を示す概略構成図である。

【符号の説明】

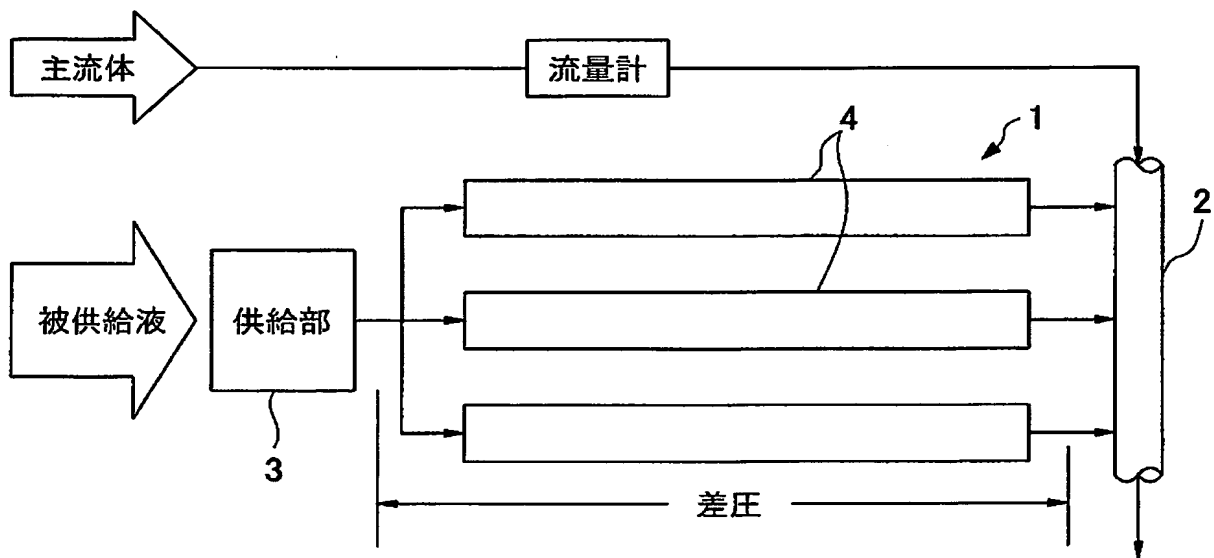
【0048】

- 1・・・溶液調製装置
- 2・・・主流体用流通管
- 3・・・供給部
- 4・・・被供給液用流通管

【書類名】 図面  
【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 微量の薬液などを超純水などに供給して洗浄水などとして使用可能な溶液を調製するにあたって、被供給液の供給量を精度よく定めることができる方法を提供する。

【解決手段】 主流体用流通管 2 に流通する主流体に、被供給液を供給し溶液を調製する液供給方法であって、被供給液を送出する供給部 3 と、供給部 3 からの被供給液を主流体用流通管 2 に向けて流す被供給液用流通管 4 とを備え、被供給液用流通管 4 の内径が 0.01 ～ 1 mm とされた液供給装置 1 用い、被供給液を、供給部 3 から被供給液用流通管 4 を通して主流体用流通管 2 に供給するに際して、供給部 3 における被供給液の圧力  $P_1$  と、主流体用流通管における主流体の圧力  $P_2$  が次の式を満たすようにする。

$$P_1 - P_2 > 0$$

【選択図】 図 2



## 認定・付加情報

|         |                   |
|---------|-------------------|
| 特許出願の番号 | 特願 2003-361174    |
| 受付番号    | 50301747275       |
| 書類名     | 特許願               |
| 担当官     | 第六担当上席 0095       |
| 作成日     | 平成 15 年 10 月 22 日 |

## &lt;認定情報・付加情報&gt;

## 【特許出願人】

|          |                         |
|----------|-------------------------|
| 【識別番号】   | 000002886               |
| 【住所又は居所】 | 東京都板橋区坂下 3 丁目 3 番 5 8 号 |
| 【氏名又は名称】 | 大日本インキ化学工業株式会社          |

## 【特許出願人】

|          |                       |
|----------|-----------------------|
| 【識別番号】   | 501417929             |
| 【住所又は居所】 | 千葉県千葉市美浜区中瀬一丁目 10 番 1 |
| 【氏名又は名称】 | 株式会社キッツエスシーティ         |

## 【代理人】

申請人

|          |                                  |
|----------|----------------------------------|
| 【識別番号】   | 100064908                        |
| 【住所又は居所】 | 東京都中央区八重洲 2 丁目 3 番 1 号 志賀国際特許事務所 |
| 【氏名又は名称】 | 志賀 正武                            |

## 【選任した代理人】

|          |                                  |
|----------|----------------------------------|
| 【識別番号】   | 100108578                        |
| 【住所又は居所】 | 東京都中央区八重洲 2 丁目 3 番 1 号 志賀国際特許事務所 |

|          |       |
|----------|-------|
| 【氏名又は名称】 | 高橋 詔男 |
|----------|-------|

## 【選任した代理人】

|          |                                  |
|----------|----------------------------------|
| 【識別番号】   | 100089037                        |
| 【住所又は居所】 | 東京都中央区八重洲 2 丁目 3 番 1 号 志賀国際特許事務所 |

|          |      |
|----------|------|
| 【氏名又は名称】 | 渡邊 隆 |
|----------|------|

## 【選任した代理人】

|          |                                  |
|----------|----------------------------------|
| 【識別番号】   | 100101465                        |
| 【住所又は居所】 | 東京都中央区八重洲 2 丁目 3 番 1 号 志賀国際特許事務所 |

|          |       |
|----------|-------|
| 【氏名又は名称】 | 青山 正和 |
|----------|-------|

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100094400  
【住所又は居所】 東京都中央区八重洲 2 丁目 3 番 1 号 志賀国際特  
許事務所  
【氏名又は名称】 鈴木 三義  
【選任した代理人】  
【識別番号】 100107836  
【住所又は居所】 東京都中央区八重洲 2 丁目 3 番 1 号 志賀国際特  
許事務所  
【氏名又は名称】 西 和哉  
【選任した代理人】  
【識別番号】 100108453  
【住所又は居所】 東京都中央区八重洲 2 丁目 3 番 1 号 志賀国際特  
許事務所  
【氏名又は名称】 村山 靖彦

特願 2 0 0 3 - 3 6 1 1 7 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 0 0 2 8 8 6 ]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 1 7 日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都板橋区坂下 3 丁目 3 5 番 5 8 号

氏 名 大日本インキ化学工業株式会社

特願 2 0 0 3 - 3 6 1 1 7 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 5 0 1 4 1 7 9 2 9 ]

1. 変更年月日 2 0 0 1 年 1 0 月 2 6 日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 千葉県千葉市美浜区中瀬一丁目 1 0 番 1  
氏 名 株式会社キッツエスシーティ
  
2. 変更年月日 2 0 0 4 年 5 月 1 0 日  
[変更理由] 住所変更  
住 所 東京都大田区大森北一丁目 5 番 1 号  
氏 名 株式会社キッツエスシーティ